

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6079294号  
(P6079294)

(45) 発行日 平成29年2月15日(2017.2.15)

(24) 登録日 平成29年1月27日(2017.1.27)

(51) Int.Cl.

F 1

<b>B 2 1 J</b>	<b>5/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 1 J	5/00	K
<b>C 2 2 C</b>	<b>19/05</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 1 J	5/00	B
<b>C 2 2 F</b>	<b>1/10</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C	19/05	C
<b>C 2 2 F</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 F	1/10	H

C 2 2 F 1/00 6 O 2

請求項の数 2 (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2013-33885 (P2013-33885)

(22) 出願日

平成25年2月22日(2013.2.22)

(65) 公開番号

特開2014-161861 (P2014-161861A)

(43) 公開日

平成26年9月8日(2014.9.8)

審査請求日

平成27年12月21日(2015.12.21)

(73) 特許権者 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市東区東桜一丁目1番10号

(74) 代理人 100089440

弁理士 吉田 和夫

(72) 発明者 櫻井 信吾

愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地  
大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内

(72) 発明者 八田 武士

愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地  
大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内

(72) 発明者 岡島 琢磨

愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地  
大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Ni 基耐熱合金部材の自由鍛造加工方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

質量 % で

Ni : 50 ~ 55 %

Cr : 17 ~ 21 %

Al : 0.2 ~ 0.8 %

Ti : 0.6 ~ 1.2 %

Nb : 4.7 ~ 5.6 %

Mo : 2.8 ~ 3.3 %

Co : 1.0 %

C + Si + Mn + P + S + Cu + B : 1.1 %

残部Feの組成を有するNi基耐熱合金から成る被鍛造材に対して、相を針状に析出させる相析出処理を行い、

しかる後、相析出処理した被鍛造材を920 ~ 1025未満で1 ~ 36 hr 加熱して、前記析出した針状の相を分断を伴って部分的に固溶させ、相の析出量を調整する相の初期量調整処理を実施し、

その後において、再結晶温度以上で且つ合計圧下率33%以上で打撃を加える自由鍛造と、920 ~ 980の温度範囲で行う再加熱とを少なくとも1回以上繰り返す仕上げ鍛造工程を実施し、

結晶粒が微細化されたNi基耐熱合金部材を得ることを特徴とするNi基耐熱合金部材の自

10

20

由鍛造加工方法。

**【請求項 2】**

請求項 1において、前記 相析出処理は 800 ~ 1020 の温度範囲且つ 0.1 ~ 3 6 h r の時間範囲で行うことを特徴とする Ni 基耐熱合金部材の自由鍛造加工方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【技術分野】**

**【0001】**

この発明は Ni 基耐熱合金部材の自由鍛造加工方法に関する。

**【背景技術】**

**【0002】**

Ni 基耐熱合金は、高温における高い引張強度、疲労強度の要求される航空機エンジンや、発電用タービンディスク等に広く使用されている。インコネル（登録商標）718 はその代表的なもので、0.04C-19.0Cr-52.5Ni-3.05Mo-5.13Nb-0.90Ti-0.50Al-18.5Fe の組成を有している。

**【0003】**

Ni 基耐熱合金から成る部材の高温引張強度や衝撃特性、疲労特性等の機械的特性は、Ni 基耐熱合金の結晶粒の粒度に左右され、結晶粒が微細で均一であるほど機械的特性は高くなる。

Ni 基耐熱合金はオーステナイト単相材料であるため、相変態を利用した結晶粒微細化ができる、再結晶温度以上の温度での熱間鍛造及びその後の加熱保持により結晶を再結晶させ且つその際の再結晶粒の成長を抑制することで結晶粒を微細化する手法が用いられている。

**【0004】**

その 1 つとして、相と呼ばれる金属間化合物 Ni<sub>3</sub>Nb を析出処理した後、相固溶温度以下で鍛造（熱間鍛造）工程を実施し、析出した相によるピン止め効果（ピンニング効果）によって再結晶の結晶粒を微細化する手法が従来公知である。

下記特許文献 1 には、この手法によって Ni 基耐熱合金の結晶粒を微細化する技術が開示されている。

**【0005】**

相によるピン止め効果については下記特許文献 2 にも開示されている。即ち特許文献 2 には、Ni 基耐熱合金の鍛造加工において、加熱温度が高過ぎると粒界をピンニングする作用がある金属間化合物（相）の微粒子がマトリックス中に固溶するために、再結晶粒の粒成長が起る旨の記載がなされている。

**【0006】**

特許文献 1 は、相の析出により結晶粒を微細化する方法を、型打鍛造のような速い歪速度で大きな鍛造比をかける製造法に適用した場合、鍛造中に部材の一部が相の固溶温度以上に昇温してしまうことで、全体に亘って微細粒を得ることが難しい問題があるとして、鍛造途中に被鍛造物の温度が相固溶温度を超えないように一旦鍛造を中断し、再度加熱して鍛造すること、また鍛造を数回に分けると、一度で行う場合に比べて結晶粒微細化の駆動力が小さくなるので、素材として結晶粒度を予め ASTM No. 6 以上に微細化したもの用いることを開示している。

但しそこには、仕上げ鍛造工程前において、最終的に狙いとする結晶粒度との関係でどれだけの相を初期相として析出させておくかの点については開示されていない。

**【0007】**

特許文献 1 にも言及されているように、鍛造（仕上げ鍛造）によって結晶粒を微細化する上で問題となる点として、鍛造開始前の被鍛造材の結晶粒度の問題がある。

**【0008】**

図 9 は、鍛造及びその後の加熱によってどのように再結晶が生じ且つ成長するかを模式的に表している。

同図に示しているように鍛造によって結晶粒は変形を生じ、そして変形した結晶粒の粒

10

20

30

40

50

界に沿って再結晶粒が生成する。

生成した再結晶粒はその後成長し、次第に大きくなつて行くが、初期結晶粒が粗大であると、その芯部に至るまで再結晶による結晶成長が及ばず、芯部が未再結晶部分（ハッチで示す部分）として残り易い。

特に、一般に1回の鍛造で済ませてしまう型鍛造の場合はこうした問題を生じ易い。

#### 【0009】

これに対して、通常同じ個所に何回も打撃を加え、歪みを与える自由鍛造では、再結晶粒の粒界からの再結晶生成が繰り返されるため、再結晶した領域が拡大し、結晶粒をより効果的に微細化し易いし、また未再結晶部分を消失させ易い。

この意味において、結晶粒を微細且つ均一とする上で自由鍛造は望ましい鍛造方法である。

#### 【0010】

前述したように、相のピン止め効果を利用して結晶粒を微細化する技術は従来知られた技術であるが、仕上げ鍛造工程前の相の析出量と結晶粒の微細化の程度との関係に着眼し、相の析出量を制御することで最終的に得られる結晶粒の粒度を制御する技術に関しては従来提案されていない。

即ち、相析出処理を行つて結晶粒を微細化するにしても、相の析出量が過少であれば結晶粒を十分に微細化することが難しいと考えられる。

かといって相の析出量が過剰であれば結晶粒を過剰に微細化してしまう可能性がある。

結晶粒が微細であるほど引張強度、衝撃強度、疲労強度等の機械的特性は良くなるものの、高温クリープ強度については結晶粒が過剰に微細であると却つて特性が劣化することが知られている。

また相析出処理によって生成する初期相は針状形態であり、この針状の相が最後まで残ってしまうと機械的特性を却つて損なつてしまつる問題が生ずる。

しかるに従来、こうした観点に基づく結晶粒微細化の制御については報告がなされていない。

#### 【0011】

尚本発明に対する他の先行技術として、下記特許文献3には「Ni基合金の鍛伸方法」についての発明が示され、そこにおいてNi基合金のインゴットからビレットを製造する方法として、加工用素材の送り方向と直交方向の1回の打撃による圧縮量を小さくして微小変形を累積して与えるようにし、1回目の打撃位置と次の打撃位置とをシフトさせて、鍛伸送り方向断面の結晶粒径の均一化を図るようにした点が開示されている。

しかしながらこの特許文献3に記載のものは、相によるピン止め効果にて結晶粒を微細化する点の開示はなく、本発明とは異なつた別異のものである。

#### 【先行技術文献】

#### 【特許文献】

#### 【0012】

【特許文献1】特開平6-293946号公報

【特許文献2】特開2008-200730号公報

【特許文献3】特開2003-251429号公報

#### 【発明の概要】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0013】

本発明は以上のような事情を背景とし、相によるピン止め効果によって結晶粒を微細化するに際し、Ni基耐熱合金部材の結晶粒を所望の結晶粒に容易に制御することのできるNi基耐熱合金部材の自由鍛造加工方法を提供することを目的としてなされたものである。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0014】

而して請求項1のものは、質量%でNi:50~55%, Cr:17~21%, Al:0.2~0.8%, Ti

10

20

30

40

50

: 0.6 ~ 1.2% , Nb : 4.7 ~ 5.6% , Mo : 2.8 ~ 3.3% , Co : 1.0% , C + Si + Mn + P + S + Cu + B : 1.1% , 残部Feの組成を有するNi基耐熱合金から成る被鍛造材に対して、相を針状に析出させる相析出処理を行い、しかる後、相析出処理した被鍛造材を920 ~ 1025未満で1 ~ 36 hr加熱して、前記析出した針状の相を分断を伴って部分的に固溶させ、相の析出量を調整する相の初期量調整処理を実施し、その後において、再結晶温度以上で且つ合計圧下率33%以上で打撃を加える自由鍛造と、920 ~ 980の温度範囲で行う再加熱とを少なくとも1回以上繰り返す仕上げ鍛造工程を実施し、結晶粒が微細化されたNi基耐熱合金部材を得ることを特徴とする。

#### 【0015】

請求項2は、請求項1において、前記相析出処理は800 ~ 1020の温度範囲且つ0.1 ~ 36 hrの時間範囲で行うことの特徴とする。

10

#### 【発明の作用・効果】

#### 【0017】

以上のように本発明は、Ni : 50 ~ 55% , Cr : 17 ~ 21% , Al : 0.2 ~ 0.8% , Ti : 0.6 ~ 1.2% , Nb : 4.7 ~ 5.6% , Mo : 2.8 ~ 3.3% , Co : 1.0% , C + Si + Mn + P + S + Cu + B : 1.1% , 残部Feの組成を有する、インコネル718相当材から成るNi基耐熱合金部材を得るために鍛造加工方法に関するものである。

#### 【0018】

かかる本発明によれば、Ni基耐熱合金部材の最終の結晶粒度を容易に所望の粒度とすることができる。

20

特に本発明によれば、Ni基耐熱合金部材の全体の最終の結晶粒度をASTM No.8以上とすることが可能である。

#### 【0019】

##### (被鍛造材の固溶化熱処理)

本発明では、被鍛造材(鍛造素材)に予めST処理(固溶化熱処理)を施しておく。そのST処理は、被鍛造材を得る際の加工時に併せて行っておくことができる。

その加工は、1050 ~ 1120で行なうことが望ましい。

1050よりも低い温度であると固溶化を良好に行なうことができない。また加工時に割れ等を起してしまい加工を良好にできない。

一方1200を超える高い温度であると材料が溶けてしまう。

30

#### 【0020】

本発明ではまた、被鍛造材の結晶粒度を予め所定粒度に調整しておく。その結晶粒度の調整は、被鍛造材を得るための上記の加工時に併せて行なうことができる。具体的には加工時の加熱温度と加熱時間、加工量等の条件を適宜調節することで結晶粒度の調整を行うことができる。

その被鍛造材(鍛造素材)の結晶粒度は、最終の結晶粒度としてASTM No.8以上とする場合にはASTM No.4以上としておくことが望ましい。

#### 【0021】

##### (相析出処理)

本発明では、仕上げ鍛造工程前に相の析出処理を行う。

40

ここで言う相の析出処理は、固溶状態から相の金属間化合物Ni<sub>3</sub>Nbを析出させる処理で、この相析出処理により針状の相が結晶粒の粒内、粒界に析出する。

ここで相析出処理は800 ~ 1020の温度範囲、0.1 ~ 36 hrの時間範囲で行なうことができる。

温度が高過ぎると相の析出量が不十分となり、一方低過ぎると相の析出量が過剰量となってしまう。

本発明では相を粒界、粒内に合計で2%(体積%)以上、13%以下析出させておくことが望ましい。

好適には915 × 36 hrの条件の下でこの相の析出処理を行う。

#### 【0022】

50

( 相の初期量調節処理 )

本発明では、上記の 相析出処理の後において、 相の初期量調整処理を行う。

具体的には、先の 相析出処理によって析出した針状の 相を、加熱によりその分断を伴って部分的に固溶させ、 相の量を減量調整する。即ち仕上げ鍛造工程前の 相の初期量を適正量に調整する。

この 相の初期量調整処理は、本発明において特徴的な処理である。

この処理は、最終的に得られるNi基耐熱合金部材の結晶粒の細かさと、仕上げ鍛造工程前の 相の初期量との間に密接な因果関係があり、 相の初期量が、最終的に得られる結晶粒の細かさを決定する大きな要因となるとの知見の下に、本発明において実施されるものである。

10

【 0 0 2 3 】

この 相の初期量調整処理によってその一部が部分固溶した 相は、未だ針状形態を保ったままで合金中に残留する。

残留した針状の 相は、後に述べるようにその後の仕上げ鍛造工程における鍛造-再加熱で更に分断、固溶して微細に球状化して行き、そして微細化した球状の 相がピン止め効果を発揮して、鍛造-再加熱における再結晶の粒成長を抑制する。

その際に微細且つ球状となった 相の量が多ければ、再結晶粒の粒成長に対する抑制効果が大となり、逆に少なければ抑制効果は小となる。

【 0 0 2 4 】

この仕上げ鍛造工程でも、 相は次第に固溶して行くため、合金内の 相は初期量よりも少なくなるが、その減少量は、仕上げ鍛造工程の加工条件、更にその後の固溶化熱処理等の条件に応じて定まっており、従ってその減少量も加工等の条件から予め知ることができる。

20

そこでこれに応じて、 相の初期量調整処理で残しておくべき 相の量、即ち最終的に狙いとするNi基耐熱合金部材の結晶粒の粒度に応じた適正な 量の初期量も知ることができる。

つまり 相の初期量調整処理で、 相の存在量（初期量）を適正な量としておくことで、Ni基耐熱合金部材の最終の求める結晶粒度が得易くなる。

その適正な 相の初期量は、後続の加工、処理の条件等に応じて異なったものとなるが、これを含めて本発明では 相の初期量を 1 . 5 % ( 体積 % ) 以上、 1 0 % 以下としておくのが望ましい。

30

【 0 0 2 5 】

尚、前述した様にNi基耐熱合金部材の最終の結晶粒は細かければ細かいほど良いというわけではなく、結晶粒が細かくなり過ぎると重要な機械的特性である高温クリープ特性が悪化する。

逆に結晶粒が粗大であれば他の機械的特性である高温引張強度、疲労強度、衝撃特性が悪化する。

従ってNi基耐熱合金部材の結晶粒の粒度も、適正な粒度というものがある。

本発明では、 相の初期量調整処理で初期の 相の量を調整することにより、最終の適正な結晶粒の粒度を容易に得ることができる。

40

【 0 0 2 6 】

本発明では、 相の初期量調整のための、加熱による 相の分断・部分固溶処理を 9 2 0 ~ 1 0 2 5 未満、 1 ~ 3 6 h r の時間条件の下で行う。

そして加熱温度、加熱時間をコントロールすることで、 相の初期量を求める量に調整することができる。

ここで加熱温度を 9 2 0 以上としているのは、これよりも低い温度であると 相の部分固溶が進み難く、求める初期量とするために極めて長時間かかるてしまうか、或いは相の部分固溶を良好に行えなくなる。

一方 1 0 2 5 以上の高い温度にすると、 相の固溶温度を超えてしまい、 相全体がマトリックス中に固溶してしまう。

50

また時間条件として1時間未満であると、針状相の分断を伴う部分固溶を良好に行うことが難しく、また36hrを超えると処理時間が長くなり過ぎてしまい、生産性が悪化してしまう。

#### 【0027】

本発明の相の初期量調整処理では、上記の加熱による相の分解・部分固溶処理に先立って、針状相の分断・部分固溶の促進のための予備処理として鍛造（予備鍛造）を行っておくことができる。

即ち相の初期量調整処理に、予備鍛造処理と、加熱による相の分断・部分固溶処理を含ませておくことができる。

#### 【0028】

このような予備鍛造処理を事前に行っておくことで、その後の加熱による相の分断・部分固溶処理の際に、針状相の分断・部分固溶を促進することができ、仕上げ鍛造工程で相を微細化、球状化し易くなる。

ここで予備鍛造としては様々な加工方法を適用できる。前方押出し加工はその予備鍛造の加工方法として好適な加工方法である。

加工温度としては800～980℃、加工率（減面率）として15～60%の条件を好適に採用できる。

#### 【0029】

この加熱による相の分断・部分固溶処理に先立つ予備鍛造処理はまた、上記の針状相の分断、部分固溶の促進の他に、仕上げ鍛造工程前の段階で被鍛造材の結晶粒を事前に微細化しておける意義を有する。

そしてこれにより、仕上げ鍛造工程において微細な結晶粒が得られ易くなるとともに、予備鍛造処理の際の加工条件の設定により仕上げ鍛造工程前の結晶粒の粒度を事前に制御しておくことで、仕上げ鍛造工程後における最終の結晶粒の粒度の制御を行い易くなる。

#### 【0030】

##### (仕上げ鍛造工程)

本発明では、上記の相の初期量調整処理の後において、被鍛造材に打撃による圧下を加える鍛造（自由鍛造）と再加熱とを少なくとも1回以上繰り返す仕上げ鍛造工程を実施する。

合金中に残留した針状形態の初期相は、この仕上げ鍛造工程において分断、固溶して球状化していく。

そして球状化し微細となった相が、鍛造及び再加熱の際に生ずる再結晶粒の粒成長をピン止め効果によって抑制する。

即ちこのような相のピン止め効果が無い状態の下では、鍛造及び再加熱によって生じた再結晶が大きく粒成長してしまうが、球状化した微細な相によるピン止め効果によって、その粒成長が効果的に抑制される。

#### 【0031】

この仕上げ鍛造工程においては、打撃による圧下を合計圧下率33%以上の加工量で行うのが良い。

圧下率が33%未満であると再結晶のための十分な駆動力が得られ難く、また再結晶による結晶粒の微細化を十分に行なうことが難しい。

尚この圧下率33%は、再加熱が行われるまでに複数回の打撃を加える場合には、複数回の打撃による合計の圧下率を意味する。

#### 【0032】

この仕上げ鍛造工程において、再加熱は920～980℃、3hr以上の条件で行うのが望ましい。

920℃未満であると相の分断、固溶による球状化が十分に行われず、逆に980℃を超える高い温度では相の固溶量が多くなり過ぎ、また再結晶の結晶粒が粗大化し易い。

#### 【0033】

10

20

30

40

50

本発明では、一般に上記の各処理の後においてその後金属間化合物 ''( ガンマダブルプライム , Ni<sub>3</sub>Nb ) を析出させるための固溶化熱処理を行い、しかる後に時効処理を行つて ''を析出させ、その析出硬化によってNi基耐熱合金部材を高強度化する。

この固溶化熱処理は、最終的な粒度調整を兼ねて行うことができる。

尚ここで固溶化熱処理は例えば 975 , 2 時間の条件の下で好適に行うことができる。

尚時効処理は、例えば 718 ~ 760 , 8 ~ 20 hr の条件で 1 段目の時効処理を行い、また 621 ~ 648 , 8 ~ 36 hr の条件で 2 段目の時効処理を行うことができる。

#### 【図面の簡単な説明】

10

#### 【0034】

【図 1】固溶化熱処理した試料のミクロ組織を示した図である。

【図 2】図 1 に示したミクロ組織の試料に対して 相の析出処理を行つたときの 相の析出挙動を示した図である。

【図 3】析出処理後において 相の部分固溶処理を行つたときの固溶挙動を示した図である。

【図 4】 相析出処理後において前方押し出しを行い、その後に加熱保持したときの保持時間と 相析出量及び結晶粒径との関係を示した図である。

【図 5】図 4 における保持時間 15 min , 360 min 後のミクロ組織と 相析出状態を示した図である。

20

【図 6】前方押し出し及び加熱保持を行つた後の均一圧縮試験及び再加熱保持のプロセスを示した図である。

【図 7】図 6 の再加熱保持による結晶粒の粒成長挙動を初期 相との関係において示した図である。

【図 8】図 7 における初期 相 5 % のものと 0 % のものについて加熱保持によるミクロ組織の変化を比較して示した図である。

【図 9】鍛造による再結晶挙動を模式的に示した図である。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0035】

次に本発明の実施形態を以下に説明する。

30

#### ( 相の析出挙動 )

表 1 に示す化学組成のNi基耐熱合金に 相析出処理を行つたときの 相の析出挙動を調べた。

#### 【0036】

#### 【表 1】

表 1

化学成分(質量%)

Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Al	Ti	Mn	Si	C
53.94	18.39	17.84	5.05	3.02	0.43	1.02	0.04	0.05	0.02

40

#### 【0037】

先ず 1050 × 1 hr 保持の条件で ST 処理( 固溶化熱処理 ) し、また ASTM No . 4 に粒度調整した試料( 試料サイズは外径 12 mm × 高さ 18 mm ) を用意した。図 1 はこの試料のミクロ組織を示している。その平均粒径は 91.2 μm ( 光学顕微鏡測定による ) である。

この試料を 850 以上 1000 以下の種々温度に保持し、相の析出挙動を SEM ( 走査型電子顕微鏡 ) にて調べた。

温度 900 , 950 , 1000 の下での 相の析出挙動が図 2 に示してある。

#### 【0038】

図 2 に示しているように 900 950 1000 と温度が高くなるに従って

50

相の析出量は少なくなり、温度 1000 の下では保持時間 36 時間経過した時点はもとより、100 時間経過後も 相の析出量は 2 % (面積%で測定したものを体積%として表している) 強と少ない。

また温度 950 の下でも、保持時間 36 時間経過した時点で 相の析出量は 4 % に達していない。

これに対して温度 900 の下では、36 時間経過時点で 7 % を超えており、相は十分な量で析出している。

相の析出処理の温度としては 900 ~ 930 の範囲が好適である。

中でも 915 × 36 hr の条件で 相の析出処理を特に好適に行うことができる。

#### 【0039】

##### ( 相の固溶挙動 )

ST 处理した上記の試料を 915 × 36 hr の条件で 相析出処理を行い、針状 相を 6.7 % 析出させた固溶試験用の試料 (平均粒径 91.2 μm) を、975 ~ 1050 の各種温度に加熱し、保持して 相の部分固溶挙動を調べた。

加熱温度 975, 1000, 1025, 1050 の下での 相の部分固溶挙動が図 3 に示してある。

#### 【0040】

図 3 に示しているように、1050 の下では 相が直ちに全体的に固溶してしまい、また 1025 の下でも 相が急激に固溶してしまう。従って針状 相を分断を伴って部分的に固溶させる、相の初期量調整処理における加熱処理、詳しくは加熱による 相の分断・部分固溶処理は、1025 未満で行うのが良い。

但し 920 よりも低い温度であると、相の部分固溶が十分に進まないため、処理温度としては 920 以上とするのが良い。

#### 【0041】

##### ( 再結晶 / 粒成長挙動 )

表 1 に示す化学組成の Ni 基耐熱合金の素材を ST 处理 (1050 × 1 hr の条件) した後、相析出処理 (915 × 36 hr) し、次に 相の初期量調整処理における予備鍛造処理としてサイズ外径 23.8 mm × 高さ 48.0 mm の試験材につき高周波加熱による昇温で前方押し出しを 980, 減面率 60 % の条件で実施した。そしてその後に、加熱による 相の分断・部分固溶処理として 980 × 15 ~ 360 min の条件で再加熱保持して 相を分断を伴って部分固溶させ、相の初期量調整を行った。

#### 【0042】

このときの保持時間 (sec) と 相の析出量 (初期量) との関係が、結晶粒径との関係とともに図 4 に示してある。

図 4 に示しているように、相は保持時間が長くなるにつれて部分固溶によりその量が減少していく。図 4 中 相の量 (初期量) は、15 min 保持後において 5 %, 360 min 保持後において 3 % である。

また 980 × 15 min 保持後及び 980 × 360 min 保持後のミクロ組織及び 相析出状態が図 5 に示してある。

#### 【0043】

これらの図に示しているように、前方押し出し以前の状態で当初 ASTM No. 4 の結晶粒度 (平均粒径 91.2 μm) であったものが、前方押し出し後の 980 再加熱保持で 平均粒径が 7.1 μm (15 min 保持の場合), 9.4 μm (360 min 保持の場合) と結晶粒が細くなっているが、これは前方押し出しを経ることで結晶粒が細かくなったものである。

以上のような 相の初期量調整処理を終えた後に、仕上げ鍛造工程として以下の均一圧縮加工試験を実施し、その後再加熱保持を行って結晶粒の粒成長挙動及び 相の固溶による減少挙動を調べた。

ここで均一圧縮加工試験は次のようにして行った。

#### 【0044】

10

20

30

40

50

図6に示しているように外径 15 mm × 高さ 22.5 mm の円柱状の試験片を高周波加熱（加熱速度 10 / sec）にて 980 に加熱し、その後同温度に 30 sec (秒) 保持して温度分布を均等化し、その後に歪み ( ) 速度 10 / sec で試験片を軸方向（図中上下方向）に圧縮加工した（歪み = 0.4）（圧下率は 33 %）。

その後に 980 の再加熱保持を行って、保持時間の経過による結晶粒の粒成長挙動、相の減少挙動を調べた。

ここでは 相の初期量を 0 %, 3 %, 5 % としたものについて粒成長挙動、相減少挙動を調べ、それぞれの結果を比較して図7に示した。

また初期 相 0 %, 5 % のものについて 10 sec 後, 1000 sec 後, 3100 sec 後のミクロ組織を図8に併せて示した。 10

尚 相の初期量 0 % のものは、相の析出処理を行うことなく ST 处理後のものをそのまま前方押し出しして得たものを用いた。

#### 【0045】

これら図7, 図8の結果は、初期 相が 0 % である場合に比べて初期 相が 3 %, 5 % と多くなるに従って結晶粒の粒成長を効果的に抑制できること、従って最終的に得られる結晶粒の粒度をより細かくできることを表している。

この結果はまた、初期 相の量を変えることで最終的な結晶粒の粒度をコントロールできることも表している。

因みに初期 相が 5 % のものでは、最終的な（3100 sec 後）結晶粒の粒径が約 10 μm であり、その結晶粒度は ASTM No. 10 程度となっている。 20

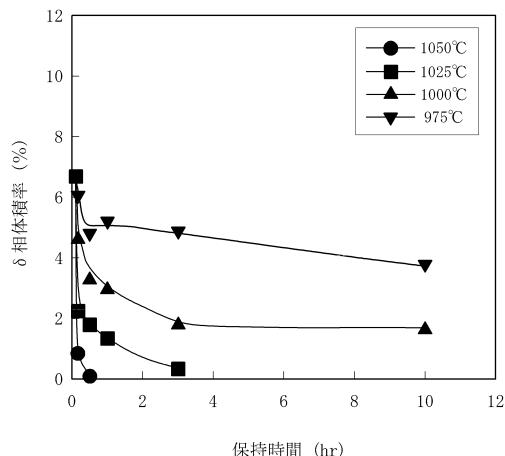
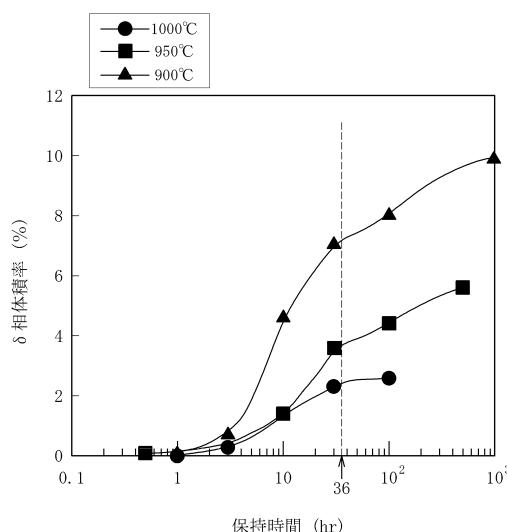
一方初期 相が 3 % のものは、最終的な結晶粒の粒径が 20 μm 弱であり、結晶粒の粒度は ASTM No. 8 程度である。

尚 相の初期量がゼロのものは、最終の結晶粒の粒径は 50 μm 程度である。

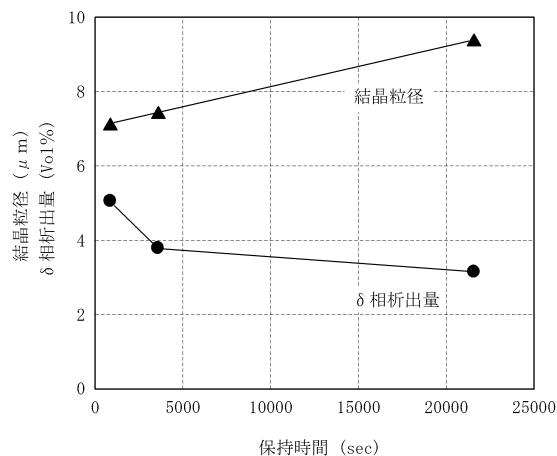
この結果において、相 0 % のものと 3 %, 5 % のものとの最終の粒径の差が相によるピン止めの効果ということになる。

【図2】

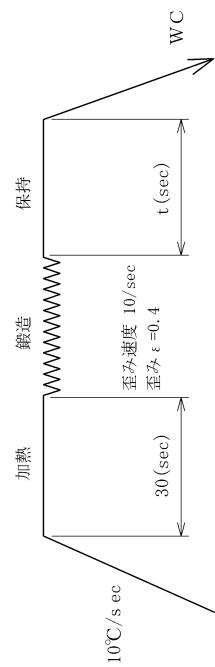
【図3】



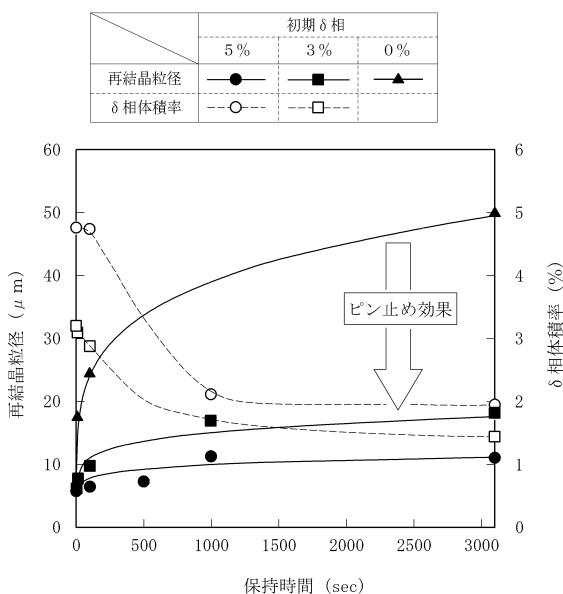
【図4】



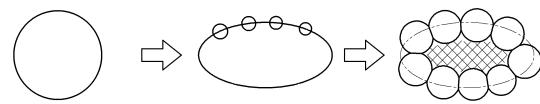
【図6】



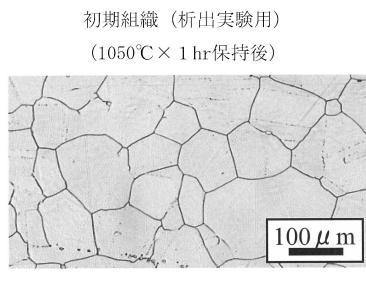
【図7】



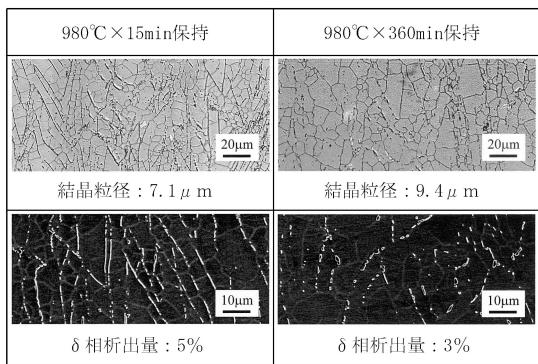
【図9】



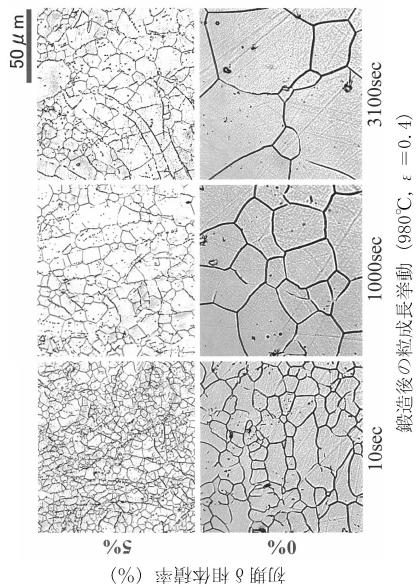
【図1】



【図5】



【図8】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 2 2 F	1/00	6 0 4
C 2 2 F	1/00	6 1 2
C 2 2 F	1/00	6 3 0 B
C 2 2 F	1/00	6 3 0 G
C 2 2 F	1/00	6 5 0 A
C 2 2 F	1/00	6 5 1 B
C 2 2 F	1/00	6 8 3
C 2 2 F	1/00	6 8 4 C
C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
C 2 2 F	1/00	6 9 4 A
C 2 2 F	1/00	6 9 4 B
C 2 2 F	1/00	6 9 4 Z

(72)発明者 吉田 広明

愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地 大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内

(72)発明者 廣中 智久

愛知県東海市元浜町39番地 大同特殊鋼株式会社 知多工場 内

審査官 塩治 雅也

(56)参考文献 特表2012-517524(JP,A)

特開2003-226950(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 1 J	5 / 0 0
C 2 2 C	1 9 / 0 5
C 2 2 F	1 / 1 0
C 2 2 F	1 / 0 0